

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 003.059.01
НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО
УЧРЕЖДЕНИЯ НАУКИ ИНСТИТУТА ГЕОХИМИИ ИМ. А.П. ВИНОГРАДОВА
СИБИРСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК ПО
ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК
аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 10 февраля 2021 г., № 1
О присуждении Перовскому Игорю Андреевичу, гражданину Российской Федерации,
ученой степени кандидата геолого-минералогических наук.

Диссертация «Титаносиликаты из лейкоксеновых руд Ярегского месторождения: получение, свойства, применение по специальности 25.00.05 – Минералогия, кристаллография, принята к защите 10.11.2020, протокол № 5, диссертационным советом Д 003.059.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института геохимии им. А.П. Виноградова Сибирского отделения Российской академии наук, 664033, г. Иркутск, ул. Фаворского, д. 1А, приказ № 194/нк от 22 апреля 2013 г.

Соискатель Перовский Игорь Андреевич, 1989 года рождения, в 2011 году окончил химико-биологический факультет Сыктывкарского государственного университета им. Питирима Сорокина по специальности «Химия», в 2014 году завершил обучение в аспирантуре Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института геологии Коми научного центра Уральского отделения Российской академии наук, работает младшим научным сотрудником лаборатории минерально-сырьевых ресурсов Института геологии им. академика Н.П. Юшкина – обособленного подразделения Федерального исследовательского центра «Коми научный центр Уральского отделения Российской академии наук». Диссертация выполнена в лаборатории минерально-сырьевых ресурсов Института геологии им. академика Н.П. Юшкина – обособленного подразделения Федерального исследовательского центра «Коми научный центр Уральского отделения Российской академии наук».

Научный руководитель – академик РАН, доктор геолого-минералогических наук, профессор, Асхабов Асхаб Магомедович, работает в Институте геологии им. академика Н.П. Юшкина Коми научного центра Уральского отделения Российской академии наук главным научным сотрудником лаборатории экспериментальной минералогии.

Официальные оппоненты:

1. Пирогов Борис Иванович, доктор геолого-минералогических наук, профессор, главный научный сотрудник, Федеральное государственное бюджетное учреждение «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского» (ФГБУ «ВИМС», г. Москва).

2. Житова Елена Сергеевна, кандидат геолого-минералогических наук, заведующая лабораторией минералогии, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт вулканологии и сейсмологии Дальневосточного отделения Российской академии наук (ИВиС ДВО РАН, г. Петропавловск-Камчатский).

Оппоненты дали положительные отзывы о диссертации.

Ведущая организация – Федеральный исследовательский центр «Карельский научный центр Российской академии наук», обособленное подразделение – Институт геологии Карельского научного центра Российской академии наук (ИГ КарНЦ РАН, г. Петрозаводск), в своём положительном заключении, утвержденном Световым Сергеем Анатольевичем, доктором геолого-минералогических наук, директором ИГ КарНЦ РАН, подписанным Щипцовым Владимиром Владимировичем, доктором геолого-минералогических наук, заведующим отделом минерального сырья ИГ КарНЦ РАН, Световой Евгенией Николаевной, кандидатом геолого-минералогических наук, старшим научным сотрудником отдела минерального сырья ИГ КарНЦ РАН, Шековым Виталием Александровичем, заместителем директора ИГ Коми НЦ УрО РАН, заместителем председателя Ученого совета ИГ КарНЦ РАН, Певуниной Аэлитой Валериевной, ученым секретарем ИГ КарНЦ РАН на заседании Ученого Совета Института геологии Карельского научного центра Российской академии наук (ИГ КарНЦ РАН) 18 января 2021 (протокол №1). В заключении отмечено, что представленная диссертационная работа является законченной научно-квалификационной работой. По содержанию, новизне и практической значимости диссертационная работа соответствует пунктам: 9 (технологическая минералогия, минералого-технологическое картирование и обоснование эффективной технологии переработки минерального сырья, утилизация промышленных и других отходов), 11 (экспериментальная минералогия) паспорта специальности 25.00.05 – Минералогия, кристаллография. В отзыве ведущей организации также отмечено соответствие диссертационной работы Перовского И.А. критериям, изложенным в Постановлении Правительства РФ от 24.09.2013 № 842 «О порядке присуждения ученых степеней» и требованиям, предъявляемым ВАК к диссертациям на соискание ученой степени кандидата геолого-минералогических наук, и выражено мнение, что автор работы заслуживает присуждения ему искомой степени по специальности 25.00.05 – Минералогия, кристаллография.

По теме диссертации опубликовано 29 работ, включающих 10 статей, из которых 7 статей – в изданиях, рекомендованных ВАК, из них 2 статьи – в изданиях базы данных Web of Science, 3 статьи – в прочих рецензируемых научных журналах и изданиях

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. **Perovskiy I.A.**, Khramenkova E.V., Pidko E. A. [et al.] Efficient extraction of multivalent cations from aqueous solutions into Sitalakite-based sorbents // *Chemical Engineering Journal*. 2018. Vol. 354. P. 727-739.
2. Бурцев. И.Н., Котова О.Б., **Перовский И.А.** [и др.] Роль технологических исследований в развитии минерально-сырьевого комплекса Тимано-Североуральского региона // *Разведка и охрана недр*. 2018. № 5. С. 38–47.
3. **Перовский И.А.**, Пискунова Н.Н. Наноразмерные морфологические характеристики синтетических порошков из продуктов переработки лейкоксена // *Стекло и керамика*. 2017. № 4. С. 6-10.
4. Бурцев И.Н., Котова О.Б., **Перовский И.А.** [и др.] Прототипы новых технологий для развития минерально-сырьевого комплекса Тимано-Североуральского региона // *Известия Коми научного центра УрО РАН*. 2016. Т. 27. №3. С. 79-88.
5. **Перовский И.А.**, Бурцев И.Н. Сорбционные свойства титаносиликата со структурой ситинакита, синтезированного из лейкоксена // *Перспективные материалы*. 2016. № 7. С.22-30.
6. **Перовский И.А.**, Пискунова Н.Н. Наноразмерные морфологические характеристики синтетических порошков натисита и паранатисита // *Вестник Института геологии Коми НЦ УрО РАН*. 2016. № 11. С. 40-45.
7. **Перовский И.А.**, Бурцев И.Н. Влияние механоактивации лейкоксена на эффективность процесса его переработки по фторидному методу // *Перспективные материалы*. 2016. № 2. С.66-73.
8. **Перовский И.А.** Синтез титаносиликатов из лейкоксеновых руд // *Вестник Томского государственного университета*. 2014. № 384. С182-188.
9. **Перовский И.А.**, Бурцев И.Н. Гидротермальный синтез ситинакита на основе лейкоксена Ярегского месторождения // *Вестник Института геологии Коми НЦ УрО РАН*. 2013. № 3. С. 16-19.
10. Игнатъев Г.В., **Перовский И.А.** Фтораммонийный способ обескремнивания лейкоксенового концентрата Ярегского месторождения // *Прогнозная оценка технологических свойств полезных ископаемых методами прикладной минералогии: сб. ст. по материалам докл. VII Рос. семинара по технологической минералогии*. Петрозаводск: Карельский научный центр РАН, 2013. С. 110–116.

Отзывов без замечаний — 6:

1. к.г.-м.н. Потапов Сергей Сергеевич (ФГБУ Института минералогии ЮУ ФИЦ МиГ УрО РАН, г. Миасс, Челябинская область).
2. к.г.-м.н. Сорока Елена Индустровна (Института геологии и геохимии УрО РАН, г. Екатеринбург).
3. к.ф.-м.н. Галеев Ахмет Асхатович (Институт геологии и нефтегазовых технологий ФГАОУ ВО «Казанский (Приволжский) федеральный университет», г. Казань).
4. Тараскин Евгений Николаевич, Зарипов Рамиль Радикович (Филиал АО «СИТТЕК», г. Ухта).
5. д.г.-м.н. Бродская Римма Львовна (ФГБУ «Всероссийский научно-исследовательский геологический институт им. А.П. Карпинского, г. Санкт-Петербург).
6. к.г.-м.н. Рябинин Виктор Федорович (Института геологии и геохимии УрО РАН, г. Екатеринбург).

Отзывов с замечаниями — 7

1. д.г.-м.н., Ожогина Елена Германовна, к.т.н. Лихникевич Елена Германовна (Федеральное государственное бюджетное учреждение «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья» (ФГБУ «ВИМС»), г. Москва). В качестве замечаний следует отметить:
 1. Из реферата неясно, какое количество кварца сосредоточено непосредственно в «лейкоксене», содержание которого определено оптико-минералогическим методом (стр.9), являющимся единственным методом, позволяющим диагностировать и оценить содержание именно «лейкоксена». 2. В перечне методов исследования оптическая микроскопия не указана. 3. Ничего не сказано о слоистых алюмосиликатах, которые практически всегда в подчиненном количестве присутствуют в ярегской руде. Эта информация имеет важное значение при решении вопросов обескремнивания лейкоксеновых концентратов в целом. 4. Не понятно, как автор оценивал степень обескремнивания лейкоксеновых концентратов.
2. к.г.-м.н. Грасс Владислав Эвальдович, к.х.н. Королева Мария Сергеевна, к.х.н. Мартаков Илья Сергеевич (Институт химии ФИЦ Коми НЦ УрО РАН, г. Сыктывкар) возникли следующие вопросы и замечания:

1. Возможно ли получение однофазного титаносиликата со структурой паранатисита? Исходя из таблицы 4, паранатисит присутствует в смеси либо с титанатом натрия, либо в смеси с натиситом, участвуя как промежуточное звено в ряду структурных преобразований «титанат натрия – паранатисит – натисит». 2. В автореферате отсутствуют общие формулы титаносиликатов с разными структурами. На странице 3 автореферата показана лишь общая формула ситинакита. Хотелось бы увидеть и общую формулу титаносиликатов со структурой паранатисита и натисита. 3. На странице 6 вместо выражения «...щелочность системы ($pH > 13$)» следовало использовать термин «водородный показатель» или «основность системы». 4. Из текста, относящегося к описанию данных термического анализа «по данным дифференциально-термического анализа установлено, что механоактивация приводит к смещению основных процессов ... в низкотемпературную область – на 20 °С ниже» (стр. 11-12), непонятно, при какой же температуре происходят эти процессы, так как кривые содержат четыре пика, описан из которых только один – процесс сублимации. 5. На рисунке 3б на странице 12 подпись к оси ординат «ТГ, %» не имеет физического смысла, так как в процентах измеряется масса образца, а не кривая термогравиметрии. Поэтому, в подписи к оси следовало бы написать «Масса образца, %» 6. Рисунки 4 и 5 на странице 14 было бы корректнее называть «Температурная эволюция рентгенодифракционной картины ситинакита...»

3. Чл.-корр. РАН, д.г.-м.н, Кривовичев Сергей Владимирович, к.т.н. Калашникова Галина Олеговна, к.г.-м.н. Паникоровский Тарас Леонидович (ФИЦ КНЦ РАН).

1. Отсутствие в автореферате ссылок на литературные источники, что у читателя вызывает ощущение открытия ионообменных свойств ситинакита. 2. Неаккуратная формулировка третьего защищаемого положения, которая вызывает ощущение, что высокие ионообменные свойства ситинакита открыты соискателем. Также, высокие значения DFT - моделирования не заменяют результатов экспериментов в конкурентной среде и поэтому не могут быть аргументами к выводам о селективности в отношении данных катионов.

4. к.г.-м.н. Томас Виктор Габриэлевич (Института минералогии и петрографии СО РАН им. ВС. Соболева, г. Новосибирск).

1. В тексте автореферата полностью отсутствует описание вещественного состава лейкоксенового концентрата Ярегского месторождения. 2. Соискатель не приводит по ходу изложения материала химических формул, рассматриваемых

титаносиликатов (за исключением однократного упоминания во Введении) и их структурных характеристик. В таблице 5 для тетрагонального ситинакита приведены a -, b - и c -параметры элементарной ячейки. Означает ли это что соискатель рассматривает ситинакит, как псевдотетрагональную фазу? Другой открытый вопрос касательно этой таблицы. Параметры c элементарных ячеек природного и синтетического ситинакита заметно отличаются; чем обусловлены эти отличия? 3. Следует отметить излишнюю сжатость подрисуночных подписей. Например, обращение читателя к рисунку 8 заставляет его самого искать различия между рисунками 8а и 8б. 2. Соискатель в тексте автореферата использует не общеупотребимые аббревиатуры без их расшифровки. Например, заголовок колонки таблицы 1 «Отношение ЛК / ГДФТ» заставляет читателя самого догадываться, что «ЛК» означает лейкоксеновый концентрат, а «ГДФТ» - гидрофторид аммония. Возвращаясь к названию этой же колонки, замечу, что всегда необходимо указывать какое именно «Отношение» используется – массовое / объемное / мольное / итп. Источники 3 (версия в переводном журнале) и 4 (версия на русском языке) из списка работ, опубликованных по теме диссертации, являются, фактически, ссылками на одну и ту же статью. Это может создать у читателя превратное впечатление о количестве опубликованных работ.

5. к.г.-м.н. Бухарова Оксана Владимировна (Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский государственный университет», г. Томск)

1. Насколько выдержан состав руд в пределах месторождения? 2. При обосновании первого положения приводиться химический состав продуктов обескремнивания лейкоксенового концентрата, где присутствует Zr, Nb, K., а далее при обосновании второго положения приводиться химический состав гидратированных осадков, где этих оксидов нет. Если говорить о комплексном использовании лейкоксенового сырья, то где эти металлы? 3. Насколько эффективен ситинакит в извлечении радионуклидов (относительно других минералов)?

6. д.х.н. Кривошапкин Павел Васильевич (ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский университет ИТМО», г. Санкт Петербург).

1. Так как работа посвящена исследованию и переработке природного сырья, необходимо указать условия отбора исходного материала, количество повторностей и воспроизводимость эксперимента. Для данных содержащих сведения о концентрации компонентов необходимо указывать коридор

погрешностей. 2. В работе описано, что синтезированные многофункциональные материалы являются микропористыми, однако нигде не приводятся доказательства этого?

7. К.г.-м.н. Игнатъев Виктор Дмитриевич (ФГБУ «Научно-технический институт межотраслевой информации (НТИМИ), г. Москва.)

1. Нет патентов и авторского свидетельства на синтез титаносиликатов. Но имеется уверенность, что это будет сделано в ближайшей перспективе. 2. В разделе «методология и методы исследования» перечислены не все методы. Читателю сразу трудно понять аббревиатуру «РФА». 3. На рисунке 1 приведены кривые плотности распределения частиц. Утверждается, что это частицы механоактивированного лейкоксена.

Отрицательные отзывы – 1

1. д.г.-м.н. Макеев Александр Борисович (ФГБУН Институт геологии рудных месторождений, петрографии, минералогии и геохимии РАН, г. Москва).

1. В диссертации на (стр.77-79, в таблицах 3.8 и 3.9. рис.3.23) неубедительно рассчитан фазовый минеральный состав продуктов обескремнивания. Куда делись Al-содержащие фазы? В концентратах и продуктах их обескремнивания, согласно приведенному химическому составу, должны находиться каолинит, мусковит, хлорит и продукты преобразования. Их количество должно быть согласно пересчету химического состава, более 10-15%. 2. Откуда может взяться повышенная точность определения минеральных фаз по рентгенам до десятых долей процента (табл.3.9)? Известно, что рентгеновский метод не может дать точность фазового анализа лучше 5 отн. %. Здесь могла бы помочь ИК-спектроскопия. 3. Осталась непонятным роль автора в изучении сорбции радионуклидов на ситинаките, раздел 6.3. диссертации (стр.118-120). Проводились ли эти исследования в ИГ Коми НЦ УрО РАН или это литературные данные?

Выбор официальных оппонентов обосновывается тем, что д.г.-м.н. Б.И. Пирогов является крупнейшим специалистом в области теоретической и прикладной минералогии, технологической минералогии руд черных и цветных металлов. К.г.-м.н. Житова Е. С. – известный специалист в области минералогической кристаллографии, занимается исследованием строения кристаллических структур и химического состава природных и синтетических минералов. Это подтверждается их многочисленными публикациями, в том числе статьями в рецензируемой российской и зарубежной печати.

Выбор ведущей организации Федерального исследовательского центра «Карельский научный центр Российской академии наук», обособленного подразделения Института геологии Карельского научного центра Российской академии наук (ИГ КарНЦ РАН, г. Петрозаводск) обоснован ведущими научными позициями его коллектива в изучении минеральных ресурсов Северо-Запада Российской Федерации, промышленных минералов, работами в области технологической минералогии, технологии наноматериалов.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

созданы основы для реализации безотходной технологии переработки лейкоксеновых концентратов Ярегского месторождения, с получением высокотитановых концентратов, содержащих свыше 80 % TiO_2 и минимальными потерями особо ценных компонентов (редких и редкоземельных металлов).

предложен низкотемпературный, экспрессный способ получения титаносиликатов из кремнисто-титановых отходов обогащения лейкоксеновых руд и концентратов;

доказано, что определяющими параметрами кристаллизации титаносиликата являются: время выдержки, щелочность системы, РТ-условия и соотношение компонентов в кремнисто-титановых отходах обогащения;

в предлагаемой технологии фторирования лейкоксеновых концентратов **введена** стадия дезинтеграции, которая позволяет получать высокотитановые продукты, содержащие более 80 % TiO_2 и менее 2 % SiO_2 .

Теоретическая значимость исследования обусловлена тем, что:

на основании экспериментального изучения титановых руд Ярегского месторождения **доказана** эффективность применения гидрофторида аммония для фторидного обескремнивания лейкоксеновых концентратов;

изложены оптимальные условия проведения процесса фторирования и получения концентратов, содержащих более 80 % TiO_2 и менее 2 % SiO_2 , включающий определенное соотношение лейкоксена к гидрофториду, фторирование при 300 °С и проведение водного выщелачивания для перевода неразложившихся продуктов в раствор;

раскрыты эффекты центробежно-ударной дезинтеграции минеральных агрегатов и механоактивации трудновскрываемого титанового сырья, приводящие к увеличению его реакционной способности при фторировании;

изучена связь минерального и химического состава кремнисто-титановых отходов, образующихся в процессе переработки лейкоксеновых концентратов, с фазовым составом титаносиликатов, формирующихся в процессе гидротермального синтеза;

проведенные исследования механизма сорбции на титаносиликатах дают основание предполагать наличие не только катионного обмена, но и специфической сорбции, обусловленной участием гидроксильных групп, в том числе Ti-OH групп.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики заключается в **разработке основ** фторидной технологии переработки титановых руд, учитывающей минералогические особенности лейкоксена Ярегского месторождения.

Определены физико-химические условия получения титаносиликатов из отходов обогащения титановых руд, которые позволяют сократить затраты на их промышленное производство.

Сформирован комплекс предложений для совершенствования процессов обогащения лейкоксеновых руд Ярегского месторождения, технологии утилизации отходов обогащения в высокоценные продукты, синтеза и модификации кристаллической структуры титаносиликатов.

Получены экспериментально высокие показатели сорбции стабильных катионов Cs^+ , Sr^{2+} , Ba^{2+} и ряда радионуклидов ^{238}U , ^{232}Th , ^{226}Ra на синтезированных титаносиликатах, демонстрирующие перспективность их применения в сорбционных процессах водоочистки.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

в ходе экспериментальных работ выполнены многочисленные рентгеноспектральные и рентгеноструктурные анализы, измерения с помощью сканирующей электронной и атомно-силовой микроскопии, дифференциально-термического анализа, низкотемпературной адсорбции азота, атомно-эмиссионной спектрометрии, седиментационного анализа, с использованием аттестованных методик и аналитического и экспериментального оборудования ЦКП УрО РАН «Геонаука»;

теоретические положения построены на результатах собственных исследований, а также на данных, полученных предшественниками, изучавшими вещественный состав, минералого-технологические особенности лейкоксеновых руд Ярегского месторождения;

Идея диссертационной работы определяется задачами повышения эффективности освоения известных, в том числе неразрабатываемых, месторождений полезных ископаемых путём внедрения современных, ресурсосберегающих и безотходных технологий, основанных на глубокой переработке минерального сырья.

Полученные результаты являются оригинальными, предлагаемый подход к синтезу титаносиликатов из кремнисто-титановых отходов фторидной переработки лейкоксеновых руд не применялся ранее другими исследователями.

Установлено, что титаносиликаты, синтезированные из отходов обогащения

лейкоксовых руд, проявляют высокую селективность по отношению к радионуклидам U, Ra и Th и не уступает природным алюмосиликатам, хорошо зарекомендовавшим себя в процессах сорбционной очистки.

Личный вклад соискателя заключается в формировании методического подхода к решению поставленных целей и задач исследования, проведении основных экспериментов по обескремниванию лейкоксенового концентрата Ярегского месторождения, синтезу титаносиликатов с каркасной и слоистой структурами (ситинакита, натисита, паранатисита) на основе отходов обогащения лейкоксенового сырья, изучению сорбции, теоретических рассуждениях. Соискатель обрабатывал и обобщал экспериментальные данные, проводил поиск путей практического использования результатов исследования. Основные положения исследования опубликованы и докладывались на международных, всероссийских и региональных конгрессах, конференциях.

На заседании 10.02.2021 г. диссертационный совет принял решение присудить Перовскому Игорю Андреевичу ученую степень кандидата геолого-минералогических наук.

При проведении открытого голосования диссертационный совет в количестве 19 человек, из них 7 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 26 человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту 0 человек, проголосовали:

за - 18, против - 0, воздержался - 1.

Заместитель председателя
диссертационного совета

Ученый секретарь
диссертационного совета



/А.Б. Перепелов/

/Е.В. Канева/

10 февраля 2021 г.